

PAT-NO: JP401203970A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 01203970 A

TITLE: CONCENTRATION VAPORIZATION ANALYZING METHOD FOR VAPOR  
PHASE SAMPLE OF GAS CHROMATOGRAPHY

PUBN-DATE: August 16, 1989

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

OGURI, NAOKI

SHIRAI, TSUNEO

KIN, KAZUHISA

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

NIPPON BUNSEKI KOGYO KK

N/A

APPL-NO: JP63027767

APPL-DATE: February 10, 1988

INT-CL (IPC): G01N030/08, G01N030/12

US-CL-CURRENT: 73/23.35

ABSTRACT:

PURPOSE: To take a gas chromatograph analysis of a fine amount of an organic material contained in a vapor phase sample with sufficient sensitivity and good reproducibility by heating ferromagnetic metallic foil surrounding the outside of an adsorption pipe by induction up to Curier temperature and discharging organic gas which is absorbed and concentrated in the adsorption pipe.

CONSTITUTION: A concentration vaporizing chamber 4 constituted by covering the adsorption pipe 6 for the organic material with the ferromagnetic metallic foil 7 and arranging a high-frequency induction heating coil 9 outside it is provided between a vaporizing chamber 1 which vaporizes the vapor phase sample containing organic gas by heating the sample containing the organic material and a separation pipe of gas chromatography. Then the vapor phase sample which is admitted from the vaporizing chamber 1 is cooled to low temperature in this concentration vaporizing chamber 4 to adsorb and concentrate the organic gas in

the sample in the adsorption pipe 6, and then the ferromagnetic metallic foil 7 is heated by induction rapidly up to the Curier temperature by a high-frequency induction heating coil 9 to vaporize the organic material which is adsorbed and concentrated in the adsorption pipe 6 and admit it in the separation pipe of gas chromatography.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-203970

⑬ Int. Cl.<sup>4</sup>

G 01 N 30/08  
30/12

識別記号

庁内整理番号

7621-2G  
7621-2G

⑭ 公開 平成1年(1989)8月16日

審査請求 有 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 ガスクロマトグラフの気相試料の濃縮気化分析法

⑯ 特 願 昭63-27767

⑰ 出 願 昭63(1988)2月10日

⑱ 発 明 者 大 栗 直 毅 埼玉県所沢市山口2401

⑲ 発 明 者 白 井 恒 雄 東京都中野区中央1-46-18

⑳ 発 明 者 金 万 九 神奈川県横浜市港北区日吉3-11-8 興洋荘201号

㉑ 出 願 人 日本分析工業株式会社 東京都西多摩郡瑞穂町武蔵208

㉒ 代 理 人 弁理士 福田 武通 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

ガスクロマトグラフの気相試料の濃縮気化分析法

2. 特許請求の範囲

有機物を含む試料を加熱することにより有機ガスを含む気相試料を揮発させる気化室とガスクロマトグラフの分離管の間に、有機物の吸着管を強磁性金属箔で包み、その外側に高周波誘導加熱コイルを配置してなる濃縮気化室を設け、該濃縮気化室では上記気化室から導入される気相試料を低温で冷却して試料中の有機ガスを吸着管内に吸着濃縮した後、上記強磁性金属箔を高周波誘導加熱コイルでキュリー温度まで誘導加熱させて吸着管に吸着濃縮された有機物を揮発させ、ガスクロマトグラフの分離管に導入させるようにしたことを特徴とするガスクロマトグラフの気相試料の濃縮気化分析法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は、ガスクロマトグラフによる微量の有機物を含む気相試料の濃縮気化分析法に関するものであり、更に詳しくは微量の有機物を含む気相試料を強磁性金属箔に包まれた有機物の吸着管内に導入し、更に低温で冷却して試料中に含まれる微量の有機物を吸着管内に吸着濃縮した後、上記強磁性金属箔をキュリー温度まで急速に誘導加熱して吸着管内に吸着濃縮された有機物を揮発させ、ガスクロマトグラフの分離管に導入させるようにしたガスクロマトグラフによる微量の気相試料の濃縮気化分析法に関する。

(従来の技術)

ガスクロマトグラフによる微量の気相試料の濃縮気化分析法としては、従来一般的には密閉した容器内で試料を加熱して試料内に含有される微量の有機ガスを揮発せしめ、その揮発した気相部分をガスクロマトグラフのカラムに導入する方法が採用されていた。

しかし、この方法では揮発した気相成分を直接ガスクロマトグラフのカラムに導入しており、揮

発した気相成分の濃縮過程がないため、試料中に含まれる有機物の分析には限度がある。

また、ニクロム線を通いた吸着管をガスクロマトグラフカラムの前端に設け、上述のようにして得られた揮発した気相部分を吸着管に導入してトラップして吸着した後、ニクロム線に通電して吸着管を加熱し、トラップされている気相部分を吸着管から離脱させてガスクロマトグラフのカラムに導入する試みもある。

(発明が解決しようとする問題点)

しかし、上述のニクロム線を通いた吸着管内に一旦揮発した気相部分をトラップさせて濃縮する方法においては、ニクロム線に通電して加熱するため、吸着管内を急速な加熱ができず、しかも温度制御が困難である等の難点がある。このため吸着管内の昇温に時間が掛り、クロマトグラフの分析における気相成分のピークがブロードになったり、吸着管に試料が残り、後の分析結果を誤らせたり、温度が上がり過ぎて吸着材の熱分解を招いたりする。

が、吸着体を充填しないで吸着管の壁面に有機ガスを吸着濃縮させるようにしてもよい。

この場合吸着体としては、気相試料中に含まれる有機物の種類によって種々選択されるが、例えば商品名Tenax GC (AKZO Research Laboratories社製)等を使用することができる。

また、強磁性金属のキュリー温度は鉄、ニッケル、コバルト、銅などの比率で定まる物理定数であるが、この発明において吸着管の外周に例えば235℃程度のキュリー温度のものを使用し、また強磁性金属箔は熱容量がなるべく小さくするために、その厚みはできるだけ薄くし、例えば50μ程度のものを使用する。

更に、強磁性金属箔は高周波誘導加熱コイルを使用し、吸着管が例えば0.2秒程度の短時間のうちにキュリー温度まで昇温されるように誘導加熱し、吸着管内に吸着濃縮された有機ガスを一時に放出してガスクロマトグラフの分離管に導くようにする。

(作用)

(問題点を解決するための手段)

以上の問題点を解決するため、この発明では有機物を含む試料を加熱することにより有機ガスを含む気相試料を揮発させる気化室とガスクロマトグラフの分離管の間に、有機物の吸着管を強磁性金属箔で包み、その外側に高周波誘導加熱コイルを配置してなる濃縮気化室を設け、該濃縮気化室では上記気化室から導入される気相試料を低温で冷却して試料中の有機ガスを吸着管内に吸着濃縮した後、上記強磁性金属箔を高周波誘導加熱コイルでキュリー温度まで急速に誘導加熱させて吸着管に吸着濃縮された有機物を揮発させ、ガスクロマトグラフの分離管に導入させるようにしたガスクロマトグラフの気相試料の濃縮気化分析法を提案するものである。

ここで、気化室から吸着管に導入された気相試料は、例えば極低温の不活性ガス(例-100℃の窒素ガス)で一定時間冷却することにより気相試料中の有機ガスを吸着管内に吸着濃縮させる。

吸着管内には特別に吸着体を充填してもよい

以上のように、この発明によれば微量の有機物を含む気相試料は濃縮気化室内に導入し、ここで極低温の不活性ガスで冷却されることにより気相試料中の有機ガスは吸着管内に吸着濃縮される。更に、強磁性金属箔を誘導加熱すると、吸着管は外部の冷却不活性ガスの影響を受けることなく即時にキュリー温度までに加熱され、吸着体に吸着濃縮された有機ガスを一時に放出する。即ち、この発明では吸着管を冷却することによって気相試料中の有機ガスが高濃度で吸着管内の吸着体に吸着濃縮され、また強磁性金属箔の誘導加熱によって吸着体に吸着濃縮された有機ガスは短時間に放出されるため、気相試料中に含まれる微量な有機ガスを十分な感度でガスクロマトグラフ分析することができる。

また、この発明によれば吸着管の加熱温度はキュリー温度に保たれて一定し、しかも再現性も高いため、吸着管の過熱による吸着体の分解を招くことも無く、また吸着管の加熱不足による試料の残留の虞れもない。

更に、吸着管の外周を囲む強磁性金属箔はその厚さが50 $\mu$ 程度であり、熱容量が小さいため、誘導加熱が終わると直に冷却する。したがって分析時間も短縮できる。

なお、吸着管を、その外周を囲む強磁性金属箔並びに高周波誘導加熱コイルより容易に取り外し、取付けできる構造にしておけば、吸着管を常に新しいものに交換でき、分析の精度を向上させることができる。

#### (実施例)

以下、この発明を図示の実施例に基づいて説明する。

図示の実施例において、1は内部に密閉容器2及びヒータ3を設けた気化室、4は濃縮気化室、5は分離のためのキャピラリーカラムである。濃縮気化室4は吸着体(商品名Tenax GC)を直径1.6 $\phi$ ×40mmのガラスキャピラリーに充填した吸着管6の外周を厚さ50 $\mu$ 程度の強磁性金属箔7(商品名パイロホイル:日本分析工業社製)で囲み、更にその外周には冷却用の窒素ガスを循環

させるとともに、気化室1内には入口1aよりキャリアガスを導入し、含有有機ガスの気相試料をキャリアガスに運ばせて吸着管6に導く。

吸着管6はその周囲に設けられた冷却窒素ガスを通す冷却管8で約-100℃に冷却され、このため気相試料中の有機ガスは一旦吸着管6内に充填された吸着体に吸着され、この吸着を一定時間続けることで濃縮される。

このあと、バルブ15で流路を切り換える。

この操作は吸着管6の気化室1に近い部分ほど有機ガスが高濃度に濃縮されるため回収の際は極力回収効率を高めるためのものである。

次に予め設定された時間をタイマ11で制御して誘導加熱コイル9に通電すると強磁性金属箔7は約0.2秒程度で急速にキューリ温度(235℃)まで加熱される。これにより吸着管6内の吸着体上に吸着濃縮されていた有機ガスは急速に吸着体から離脱し、キャリアガスに運ばれてガスクロマトグラフのキャピラカラム5に運ばれ、分析される。

なお、第2図は従来のニクロム線を利用した気

させてなる冷却管8を配置し、また冷却管8の外周には誘導加熱コイル9を設けて構成され、更に誘導加熱のための高周波電源10及び誘導加熱時間をコントロールするタイマ11が設けられている。

更に、気化室1と吸着管6との間には、吸着管6へ揮発成分を導入するための予熱パイプ12が設けられ、また予熱パイプ12の先端には吸着管6への接続のためのシリコン隔膜13aが設けられる。

一方吸着管6とキャピラリーカラム5とは導入パイプ14で接続され、吸着管6の先端には導入パイプ14への接続のためのシリコン隔壁13bが設けられる。

また、予熱パイプ12と導入パイプ14の間には微量有機物の吸着時と脱着時で流路を切り換えるための切り換えバルブ15が設けられる。

更に、吸着管6の導入口並びにガスクロマトグラフの試料導入口16の前段にはそれぞれヒータ17が設けられている。

以上の装置において、微量有機物を含む試料を気化室1の密閉容器2内に収容し、加熱して気化

相試料の濃縮気化分析法によってオクタン等の飽和炭化水素並びにトルエン等の芳香族化合物を含む典型的有機ガスのガスクロマトグラフを示すものであるが、これによれば各ピークはブロードになっている。

これに対して第3図は、同様の有機ガスをこの発明に係る方法で濃縮気化した場合のガスクロマトグラフを示すものであるが、これによれば各ピークは明瞭に峻別され、各成分とも十分な感度でガスクロマトグラフ分析されている。

#### (発明の効果)

以上要するに、この発明によれば吸着管の外側を囲む強磁性金属箔をキューリ温度まで誘導加熱して吸着管内に吸着濃縮された有機ガスを放出してガスクロマトカラムに導くため、気相試料に含まれる微量の有機物を十分な感度で、しかも再現性良くガスクロマトグラフ分析を行なうことができる。

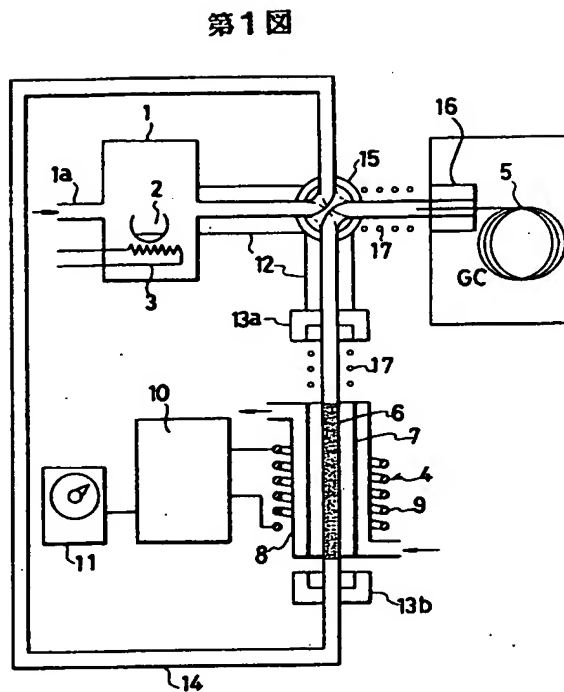
また、この発明によれば吸着管の急速加熱及び急速冷却が極めて容易に行なうことができるとこ

ろから、従来のニクロム線によって吸着管を加熱する濃縮気化分析法に比べてガスクロマトグラフ分析の操作を極めて簡単に行なうことができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明の一実施例を示す装置の概略図、第2図は、従来のニクロム線を利用した気相試料の濃縮気化分析法によって飽和炭化水素、芳香族化合物を含む典型的有機ガスのガスクロマトグラフ、第3図は、同様の有機ガスをこの発明に係る方法で濃縮気化した場合のガスクロマトグラフである。

図中、1は気化室、4は濃縮気化室、5はキャピラリーカラム、6は吸着管、7は強磁性金属箔、8は冷却管、9は誘導加熱コイル、10は高周波電源、15は切り換えバルブ。

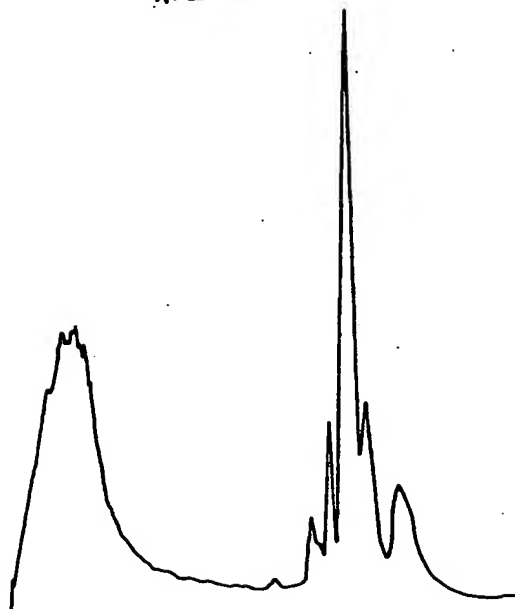


特許出願人 日本分析工業株式会社

同 代理人 弁理士 福田 武通

同 代理人 弁理士 福田 賢三

第2図



第3図

